ORGANISATION INTERNATIONALE

DE MÉTROLOGIE LÉGALE



RECOMMANDATION INTERNATIONALE

Chromatographes en phase gazeuse portatifs pour la mesure sur site des polluants chimiques dangereux

Portable gas chromatographs for field measurements of hazardous chemical pollutants

OIML R 113

Édition 1994 (F)

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS

L'Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML) est une organisation intergouvernementale mondiale dont l'objectif premier est d'harmoniser les réglementations et les contrôles métrologiques appliqués par les services nationaux de métrologie, ou organismes apparentés, de ses États Membres.

Les deux principales catégories de publications OIML sont:

1) les **Recommandations Internationales (OIML R),** qui sont des modèles de réglementations fixant les caractéristiques métrologiques d'instruments de mesure et les méthodes et moyens de contrôle de leur conformité; les États Membres de l'OIML doivent mettre ces Recommandations en application dans toute la mesure du possible;

2) les **Documents Internationaux (OIML D),** qui sont de nature informative et destinés à améliorer l'activité des services de métrologie.

Les projets de Recommandations et Documents OIML sont élaborés par des comités techniques ou sous-comités composés d'États Membres. Certaines institutions internationales et régionales y participent aussi sur une base consultative.

Des accords de coopération ont été conclus entre l'OIML et certaines institutions, comme l'ISO et la CEI, pour éviter des prescriptions contradictoires; en conséquence les fabricants et utilisateurs d'instruments de mesure, les laboratoires d'essais, etc. peuvent appliquer simultanément les publications OIML et celles d'autres institutions.

Les Recommandations Internationales et Documents Internationaux sont publiés en français (F) et en anglais (E) et sont périodiquement soumis à révision.

Les publications de l'OIML peuvent être obtenues au siège de l'Organisation:

Bureau International de Métrologie Légale
11, rue Turgot - 75009 Paris - France
Téléphone: 33 (1) 48 78 12 82 et 42 85 27 11
Télécopie: 33 (1) 42 82 17 27
Télex: 234 444 SVP SERV F ATTN OIML

*
* *

La présente publication – référence OIML R 113, édition 1994 (F) – a été élaborée par le sous-comité OIML TC 16/SC 4 «Mesure sur site des polluants dangereux (toxiques)». Elle a été approuvée par le Comité International de Métrologie Légale en 1993 pour publication définitive et sera présentée à la sanction formelle de la Conférence Internationale de Métrologie Légale en 1996.

CHROMATOGRAPHES en PHASE GAZEUSE PORTATIFS pour la MESURE sur SITE des POLLUANTS CHIMIQUES DANGEREUX

1 Objet

1.1 La présente Recommandation Internationale établit les procédures pour les essais et la vérification des performances d'un chromatographe en phase gazeuse (CG) portatif lorsque cet instrument est utilisé pour la mesure des polluants chimiques potentiellement toxiques liés aux décharges de déchets dangereux, comme prescrit par les lois et règlements nationaux. La présente Recommandation n'a pas pour objet d'exclure tout autre moyen équivalent de mesurage ou d'analyse de tels polluants chimiques. Un instrument portatif est un appareil autonome ou un ensemble compact intégré permettant de réaliser une analyse complète sur le terrain et fonctionnant sur batteries; toutefois, il peut avoir la possibilité de fonctionner aussi sur courant alternatif. Il existe plusieurs types de chromatographes en phase gazeuse portatifs qui font appel à toute une gamme de techniques pour introduire les échantillons et détecter les éléments à examiner. Les principaux composants spécifiés dans la présente Recommandation reflètent la technologie actuelle et n'ont pas pour but d'empêcher les progrès à venir. Les instruments installés en laboratoire sont couverts par la Recommandation Internationale OIML R 82 *Chromatographes en phase gazeuse pour la mesure des pollutions par pesticides et autres substances toxiques*.

1.2 Les composants d'un échantillon permettant une détection par un CG portatif sont ceux qui peuvent traverser sa colonne en quantités détectables sans subir d'adsorption ou de décomposition irréversibles et qui peuvent être détectés. Des exemples de types généraux de composants de polluants chimiques dangereux qu'un CG portatif peut détecter sont donnés en Annexe A.

1.3 Les programmes d'échantillonnage, la préparation de l'échantillon et les méthodes de mesurage dépassent l'objet de la présente Recommandation.

1.4 Les instruments qui satisfont aux exigences de la présente Recommandation présentent, selon leur application spécifique, une certaine flexibilité au niveau de leurs composants principaux. La présente Recommandation couvre les composants suivants:

- dispositifs d'échantillonnage directs de l'air et dispositifs d'injection par seringue pour des échantillons gazeux ou liquides;
- colonnes remplies et colonnes capillaires fonctionnant sous température contrôlée fixe ou variable;
- colonnes remplies et colonnes capillaires fonctionnant à température ambiante et sous certaines autres conditions relatives à l'environnement;
- détecteurs à photoionisation (PID), détecteurs à ionisation de flamme (FID), détecteurs à ionisation d'argon (AID) et détecteurs par capture d'électrons (ECD).

Note: Les détecteurs mentionnés ci-dessus sont ceux qui se prêtent à la plus large étendue d'applications et par conséquent les plus couramment utilisés pour les applications sur site. Il est possible que d'autres détecteurs conviennent et remplissent les exigences de la présente Recommandation pour des applications spécifiques.

1.5 La performance de l'instrument définie par les critères prescrits pour ces applications peut être améliorée en optimisant la performance de chaque élément principal du système de mesure. Dans ce cas, le succès dépend des connaissances, de l'habileté et de l'expérience de l'opérateur.

1.6 La présente Recommandation ne concerne pas les exigences ou les essais des instruments nécessaires à la sécurité des personnes. Il incombe donc aux utilisateurs de déterminer si les instruments satisfont aux exigences relatives à la sécurité et à l'étiquetage conformément aux réglementations nationales.

2 Application

2.1 Les lois et réglementations nationales peuvent prescrire l'utilisation de chromatographes portatifs en phase gazeuse pour l'évaluation et le contrôle sur le terrain des polluants chimiques dangereux. Ce type d'instrument peut fournir des mesurages en temps réel sur les sites de décharges dangereuses et permettre l'établissement de programmes pour l'échantillonnage, la surveillance médicale publique et de travail, la définition des zones d'accès au public et des zones d'évacuation, et pour l'endiguement et le traitement des déchets toxiques. Les sites de décharges dangereuses sont des lieux où l'on trouve des déchets chimiques dangereux susceptibles d'affecter une importante zone avoisinante, par exemple les terrains où l'on déverse des déchets dangereux sans contrôle établi, des terrains autorisés pour la décharge de déchets dangereux et les lieux d'accident, de déversement ou d'incendie concernant des produits chimiques dangereux, soit dans un dépôt, soit en cours de transport. On peut utiliser les CG portatifs pour la surveillance d'autres lieux où se trouvent des polluants chimiques dangereux comme par exemple à l'intérieur des lieux de travail, maisons et appartements, autres bâtiments et dans les transports en commun. Les applications de certains instruments portatifs sont traitées dans le Document International OIML D 22 *Guide sur les instruments portatifs pour l'évaluation des polluants contenus dans l'air en provenance des sites de décharge de déchets dangereux*.

2.2 Dans de nombreuses applications sur site, des interférences peuvent se produire lors du mesurage chromatographique en phase gazeuse d'un composant organique volatil spécifique en raison de la présence d'autres composants de nature connue ou inconnue. Il est donc nécessaire de prévoir la présence des composants pouvant interférer avec le mesurage prévu et de sélectionner les éléments de l'instrument, les programmes d'échantillonnage ainsi que les méthodes de mesurage permettant de minimiser d'éventuels effets d'interférence.

2.3 Les instructions appropriées pour l'utilisation de ces instruments doivent être disponibles et un contrôle de routine des performances de l'instrument doit être effectué avant et après les mesurages sur site. Les performances d'un instrument doivent aussi être régulièrement vérifiées, en particulier après entretien et réparation, dans des conditions compatibles avec celles de l'environnement de fonctionnement prévu et pour des variations climatiques extrêmes. Des consignes spécifiques pour les essais de routine à effectuer par l'utilisateur sont données en 8.3. Dans certains cas, des essais sur site peuvent être appropriés pour s'assurer que l'instrument est opérationnel.

3 Terminologie

3.1 Dispositif d'injection

Moyen par lequel l'échantillon est introduit dans la colonne.

3.2 Colonne

Tube contenant la phase stationnaire à travers laquelle s'écoule la phase mobile gazeuse.

3.3 Phase mobile

Gaz porteur utilisé pour éluer les composants de l'échantillon à travers la colonne et hors de la colonne.

3.4 Phase stationnaire

Matériau immobile, liquide ou solide, sur un support solide, qui réalise la séparation des composants de l'échantillon en raison des différents taux d'adsorption et d'élution.

3.5 Support solide

En général, matériau inerte à l'intérieur de la colonne qui maintient la phase stationnaire. Ce matériau, sur lequel s'écoule le gaz porteur, peut consister en des particules poreuses, des particules non poreuses, la paroi intérieure de la colonne, ou une combinaison de ces possibilités.

3.6 Elution

Extraction d'un composant de l'échantillon hors de la phase stationnaire par la phase mobile.

3.7 Détecteur

Dispositif détectant la présence de composants de l'échantillon dans l'éluat de la colonne.

3.8 Bruit

Mesure d'une variation du signal de sortie du détecteur alors qu'on ne procède à la détection d'aucun composant d'échantillon. Il peut être classifié selon deux composantes:

- Bruit à court terme, qui inclut toutes les variations aléatoires observables du signal en provenance du détecteur ou d'autres éléments et dont la fréquence est de l'ordre de un ou plusieurs cycles par minute.
- Dérive, qui est la pente moyenne du signal de base mesurée sur une durée prolongée, par exemple 1/2 heure.

3.9 Limite de détection

Plus petite quantité d'un composant de l'échantillon qui fournit un signal de sortie du détecteur supérieur à trois fois le bruit à court terme.

Note: Ce terme est parfois désigné sous le nom de «détection minimale (MDL)» dans les références ou dans la documentation des fabricants. La limite de détection est parfois définie comme le signal de sortie égal à un autre multiple (par exemple, deux ou dix) du niveau de bruit et peut varier selon que le chromatographe est utilisé pour une analyse quantitative ou qualitative [1].

3.10 Étendue linéaire

Étendue des débits massiques ou des concentrations du composant de l'échantillon à analyser dans le gaz porteur pour laquelle la sensibilité du détecteur est constante dans les limites spécifiées; elle est exprimée comme le rapport de sa limite supérieure à la limite de détection.

3.11 Étendue dynamique

Étendue des débits massiques ou des concentrations du composant de l'échantillon à analyser pour laquelle leur augmentation produit une variation mesurable du signal de sortie du détecteur. La limite supérieure de cette étendue correspond au débit massique ou à la concentration les plus élevés pour lesquels une ultime augmentation ne produit pas d'accroissement observable du signal de sortie du détecteur. Cette étendue est exprimée comme le rapport de sa limite supérieure à la limite de détection.

3.12 Sensibilité

Signal de sortie d'un détecteur par unité de masse des composants d'échantillon élués examinés; elle est définie d'une des manières suivantes:

3.12.1 Détecteur sensible à la concentration

La sensibilité est exprimée en $A \cdot mL \cdot g^{-1}$ ou $V \cdot mL \cdot g^{-1}$, et par l'équation:

$$S = \frac{P \times F}{M}$$

où:
S = sensibilité
P = aire intégrée du pic ($A \cdot s$ ou $V \cdot s$)
F = débit du gaz porteur ($mL \cdot s^{-1}$)
M = masse de l'échantillon dans le gaz porteur (g)

3.12.2 Détecteur sensible au débit massique

La sensibilité est exprimée en $A \cdot s \cdot g^{-1}$ ou $V \cdot s \cdot g^{-1}$, et par l'équation:

$$S = \frac{P}{M}$$

où les symboles ont la même signification qu'en 3.12.1.

3.13 Sélectivité

Indication de la capacité d'un détecteur à réagir plus promptement et à un plus haut degré à certains types de composants plutôt qu'à d'autres.

3.14 Chromatogramme

Enregistrement du signal de sortie du détecteur en fonction du temps, présentant des pics spécifiques aux composants de l'échantillon.

3.15 Temps de rétention

Temps écoulé entre l'injection d'un échantillon et l'apparition du pic maximal de sortie du composant à analyser.

3.16 Étalonnage

Ensemble des opérations qui définissent, pour des conditions spécifiées, le rapport entre les valeurs indiquées par un système de mesure et les valeurs connues correspondantes du mesurande.

3.17 Répétabilité

Concordance entre les résultats de mesurages consécutifs du même mesurande, effectués dans les mêmes conditions et sur une relativement brève période de temps.

Note: Le terme «mêmes conditions» inclut: la méthode de mesurage, l'opérateur, l'instrument de mesure, le lieu, et les conditions d'environnement.

4 Description de l'instrument

4.1 Généralités

4.1.1 Il existe des chromatographes portatifs en phase gazeuse de conception et de fabrication différentes pour une utilisation sur site de décharge des déchets dangereux. En général, un réservoir de gaz porteur pressurisé avec système de contrôle pneumatique fournit un débit réglable du gaz porteur à travers une colonne chromatographique maintenue à une température constante ou contrôlée pendant toute la durée de l'analyse. Un dispositif d'injection permet d'introduire dans l'instrument un volume connu d'un échantillon qui est balayé par le gaz porteur vers le détecteur à travers la colonne. Le détecteur est sensible à chacun des composants de l'échantillon élués hors de la colonne avec des temps de rétention caractéristiques. Le signal de sortie du détecteur est enregistré en fonction du temps sur un diagramme et/ou mis en mémoire dans un système de traitement de données. Le chromatogramme (signal de sortie du détecteur en fonction du temps) indique le temps de rétention pour chaque pic des composants permettant ainsi leur identification et les aires de pic ou hauteurs de pic peuvent être reliées à la concentration des composants d'échantillon examinés.

4.1.2 Un schéma de l'instrument est donné en Figure 1. Le régulateur de gaz porteur peut être un appareil de contrôle de la pression et/ou du débit. Dans le cas d'échantillons en phase liquide, le dispositif d'injection (A) permet de vaporiser l'échantillon avant l'injection. Le dispositif de contrôle de la température de la colonne (B) peut être à valeur fixe ou réglable; cependant, certains instruments peuvent fonctionner correctement à une température ambiante relativement stable sans contrôle de la température. Dans certaines conditions d'utilisation, il faut maintenir un détecteur (C) à une température au moins égale à celle de la colonne.

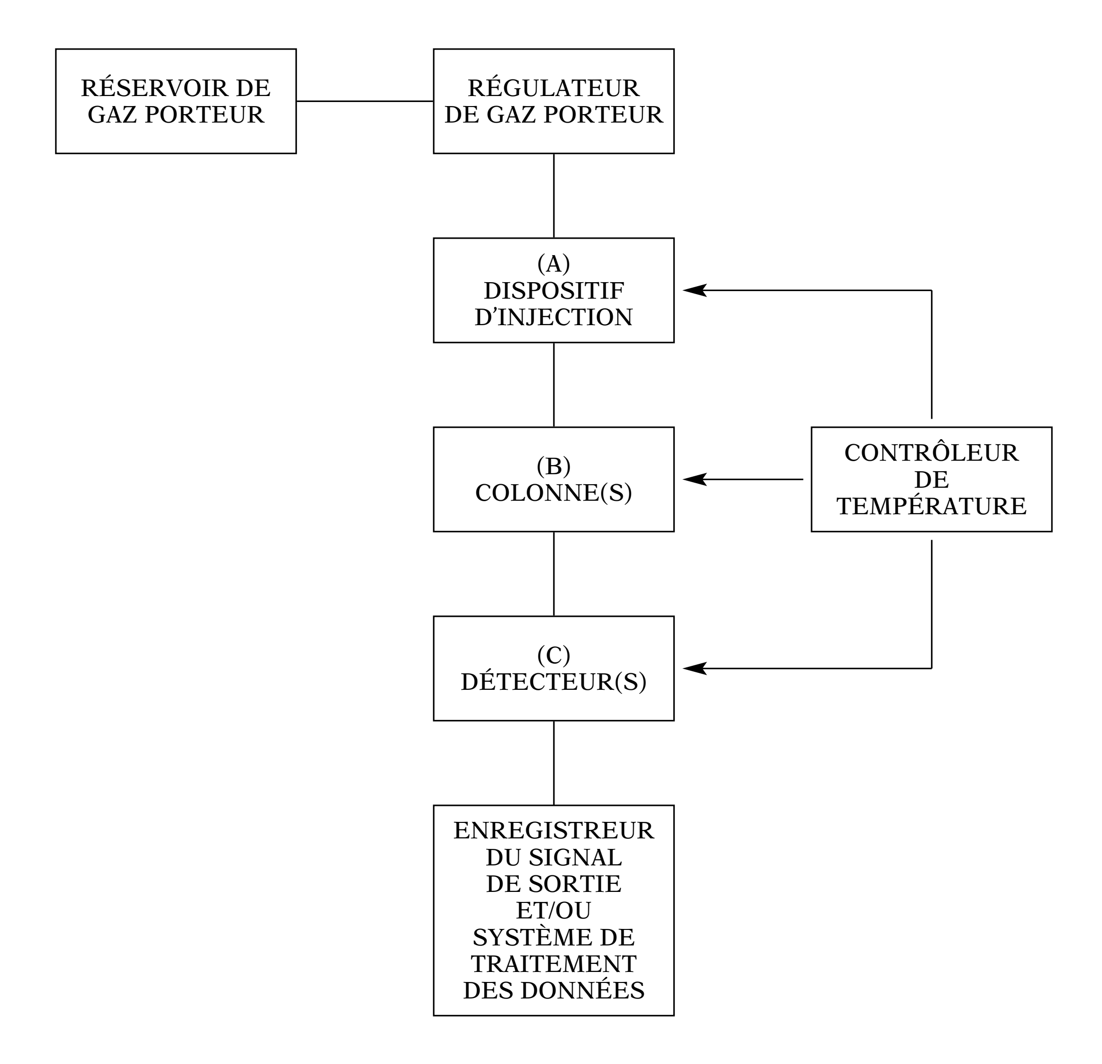


Figure 1. Diagramme d'un chromatographe portatif en phase gazeuse

4.1.3 Le principe des mesurages par chromatographie en phase gazeuse se base sur la séparation des composants d'échantillon en phase gazeuse ou en phase vapeur dans le gaz porteur (phase mobile) par la phase stationnaire de la colonne. La division de l'échantillon dépend de paramètres fonctionnels de la colonne, tels que le débit du gaz, la température, la pression de vapeur et les propriétés adsorbantes de la phase stationnaire. Les composants individuels de l'échantillon, transformés par la colonne et détectés, sont interprétés soit manuellement soit par un système informatique de traitement des données. L'identification et l'analyse quantitative reposent sur une connaissance des temps de rétention et sur le mesurage des aires de pic ou hauteurs de pic correspondant aux composants chimiques spécifiques pour un instrument fonctionnant dans des conditions de référence.

Note: Les références [2–4] donnent une description plus détaillée de l'instrument.

4.2 Eléments de l'instrument

4.2.1 Le système de contrôle pneumatique est conçu pour régler le débit du gaz porteur à travers l'instrument.

4.2.2 Le(s) dispositif(s) d'injection peut (peuvent) être d'un des types suivants:

4.2.2.1 Dispositif à injection directe et/ou à vaporisation (détente) permettant d'utiliser une seringue pour gaz ou liquide pour injecter une quantité déterminée d'un échantillon dans le gaz porteur.

4.2.2.2 Boucle pour l'échantillonnage des gaz pour l'introduction à débit continu d'une quantité déterminée d'un échantillon de gaz dans le gaz porteur.

4.2.2.3 Dispositif d'injection à préconcentration et désorption thermique permettant à une quantité déterminée d'un échantillon de se concentrer sur un adsorbant présélectionné, après quoi la désorption thermique introduit l'échantillon dans le gaz porteur.

4.2.3 La colonne peut être une colonne remplie ou une colonne capillaire.

4.2.4 Si un dispositif de contrôle de la température de la colonne est inclus, il peut être à valeur fixe ou réglable.

4.2.5 Le(s) détecteur(s) peut (peuvent) être de l'un des types suivants:

4.2.5.1 Un détecteur à ionisation de flamme (FID) utilise une flamme d'hydrogène et d'air pour produire des ions à partir du composant de l'échantillon; ces ions sont ensuite recueillis sur une électrode dont le potentiel est différent de celui du jet d'hydrogène. Le courant mesuré sur l'électrode collectrice est fonction du débit massique du composant de l'échantillon.

4.2.5.2 Un détecteur à photoionisation (PID) se compose d'une lampe à haute énergie (ultra-violet) et d'une chambre d'ionisation. Le processus de photoionisation d'une molécule (R) d'un composant de l'échantillon se déclenche d'habitude par l'absorption d'un photon à haute énergie ($h\nu$) provenant de la lampe lorsque l'énergie d'un photon absorbé est supérieure ou égale au potentiel d'ionisation de R; cependant, dans certaines applications, il est possible de déclencher l'ionisation de R en passant par un état excité intermédiaire (R^*) par l'absorption de photons dont l'énergie est inférieure au potentiel d'ionisation de R. Ces deux procédés peuvent être respectivement symbolisés comme suit:

$$R + h\nu = R^+ + e^-$$
$$R^* + h\nu = R^+ + e^-$$

Les ions formés sont recueillis dans la chambre d'ionisation ou le courant mesuré obtenu est fonction de la concentration du composant de l'échantillon ionisé. On dispose de lampes à différents niveaux d'énergie photonique. Pour des lampes à hauts niveaux d'énergie photonique (par exemple: 11,7 eV), la réponse du détecteur devient plus uniforme; tandis que pour les lampes à niveaux d'énergie moindres (par exemple: 10,2 ou 10,6 eV), le détecteur devient plus sélectif.

4.2.5.3 Un détecteur à ionisation d'argon (AID) utilise une source de tritium radioactif (^3H) pour produire des ions d'argon qui réagissent avec le composant de l'échantillon à analyser, élué hors de la colonne. Ce détecteur exige de l'argon comme gaz porteur. Des atomes d'argon sont ionisés par la source du détecteur et d'autres portés à l'état d'excitation (A^*). L'énergie d'excitation de l'argon est d'environ 11,6 eV; cependant, le potentiel d'ionisation de la plupart des composants organiques est inférieur à 11,6 eV. Par conséquent, les molécules du composant de l'échantillon introduites dans le détecteur en provenance de la colonne peuvent être ionisées par un flot constant d'atomes d'argon excités produits par la source radioactive. Les résultats de cette interaction se symbolisent comme suit:

$$A^* + R = A + R^+ + e^-$$

Les ions formés sont alors collectés dans la chambre d'ionisation produisant ainsi un courant constant. La variation de ce courant est proportionnelle à la concentration du composant d'échantillon ionisé par les atomes d'argon excités.

4.2.5.4 Un détecteur à capture d'électrons (ECD) avec une source radioactive, en général de nickel (^{63}Ni) ou de tritium (^{3}H), produit des ions dans le gaz porteur et collecte les électrons associés. Quand l'éluat (composant absorbant les électrons) pénètre dans le détecteur, le courant électronique constant mesuré, produit par la source de radiation, se trouve réduit d'une quantité proportionnelle à la concentration du composant de l'échantillon dans l'éluat. On peut faire fonctionner le détecteur soit avec un courant continu soit par impulsions.

4.2.6 Le système de traitement des données intégré à l'instrument comprend d'habitude l'un ou plusieurs des éléments suivants: affichage direct, enregistreur graphique et calculateur.

5 Exigences métrologiques

5.1 Gaz porteur

5.1.1 Le débit ou la pression du gaz porteur doivent être ajustables à une valeur nominale pouvant être maintenue à ± 2,0 %.

5.1.2 La pureté du gaz porteur en ce qui concerne sa teneur en hydrocarbures doit être spécifiée par le fabricant.

Note: Le niveau de tous les hydrocarbures présents est en général inférieur à 1,0 µL/L.

5.2 Dispositif d'injection

5.2.1 Le dispositif d'injection doit être prévu pour un volume d'échantillon en phase gazeuse compris entre 10 µL et 5 mL ou pour un volume d'échantillon liquide compris entre 0,1 µL et 5 µL. Cependant, un dispositif d'injection à préconcentration et à désorption thermique doit fournir un volume d'échantillon en phase gazeuse compris entre 10 mL et 5 000 mL.

Note: La température et le temps de désorption exigés pour que ce dispositif d'injection puisse fonctionner dépendent du type de composant(s) de l'échantillon à concentrer et aussi du type de matériel utilisé par l'appareil de préconcentration.

5.2.2 Lors du contrôle de la répétabilité du volume fourni par un dispositif d'injection conforme à 5.2.1, l'écart-type relatif de la hauteur de pic ou de l'aire de pic doit satisfaire aux exigences de 5.5.2.

Note: L'utilisation d'une boucle pour l'échantillonnage du gaz ou d'un dispositif d'injection automatique donne en général de meilleurs résultats qu'un dispositif d'injection en mode manuel.

5.3 Contrôle de température de la colonne

5.3.1 Dans le cas d'instruments à dispositifs de contrôle de température fixe, la température de la colonne doit être maintenue à une température constante à ± 2 °C pendant la durée de l'analyse.

Note: Par exemple, la dissolution de l'azide (diazoimide) de sodium à 40 °C ou un bain de glace à 0 °C peuvent fournir des points de température fixe appropriés pour le contrôle de température de la colonne.

5.3.2 Dans le cas d'instruments à dispositifs de contrôle de température réglable, la température de la colonne doit être maintenue à une température constante à ± 2 °C dans l'étendue de température de service, étendue allant de 10 °C maximum au-dessus de la température ambiante jusqu'à la température maximale que peut fournir le dispositif de contrôle.

5.3.3 Dans le cas d'instruments sans dispositif de contrôle de température, à valeur fixe ou réglable, un moyen de mesurage et d'enregistrement des variations de la température ambiante autour de la colonne avec une exactitude de ± 2 °C doit être fourni (voir 8.3.3).

5.4 Les détecteurs doivent satisfaire aux exigences minimales suivantes pour la limite de détection et l'étendue linéaire, dans les conditions de référence, après injection à l'intérieur de la colonne du composant d'essai en concentration spécifiée dans l'air sec ou dans l'azote. Une procédure d'essai est donnée en Annexe B pour les gaz et les liquides dans un solvant approprié.

Note: La limite de détection est considérée comme étant la valeur maximale tolérée pour cette grandeur avec des erreurs maximales tolérées de ± 5 % (voir Annexe B). L'étendue linéaire est considérée comme étant l'étendue de service de l'instrument dans des limites spécifiées bien qu'un fabricant puisse spécifier une étendue dynamique dans des limites définies.

5.4.1 Détecteur à ionisation de flamme (FID)

- Type: Dépendant du débit massique
  Sélectif et largement applicable aux composants contenant du carbone et de l'hydrogène (voir Annexe A)
- Composant d'essai: Toluène
- Conditions d'essai: Utiliser un type de colonne, gaz porteur, débit, compensateur de débit de gaz (si nécessaire), et température selon les spécifications du fabricant
- Limite de détection: 2×10^{-9} g injectés ± 5 %
- Etendue linéaire: 10^4

5.4.2 Détecteur à photoionisation (PID)

- Type: Dépendant de la concentration
  Sélectif et largement applicable aux composants organiques et inorganiques (voir Annexe A)
- Energie de la lampe: 10,2 eV, 10,6 eV ou 11,7 eV
- Composant d'essai: Toluène
- Conditions d'essai: Utiliser un type de colonne, gaz porteur, débit, compensateur de débit de gaz (si nécessaire), et température selon les spécifications du fabricant
- Limite de détection: 2×10^{-12} g injectés ± 5 %
- Etendue linéaire: 10^5

5.4.3 Détecteur à ionisation d'argon (AID)

- Type: Dépendant de la concentration
  Sélectif et largement applicable aux composants organiques et inorganiques (voir Annexe A)
- Composant d'essai: Toluène
- Conditions d'essai: Utiliser un type de colonne, gaz porteur, débit, compensateur de débit de gaz (si nécessaire), et température selon les spécifications du fabricant
- Limite de détection: 1×10^{-10} g injectés ± 5 %
- Etendue linéaire: 10^3

5.4.4 Détecteur par capture d'électrons (ECD)

- Type: Dépendant de la concentration
  Sélectif pour les composants halogénés et de même type (voir Annexe A)
- Composant d'essai: Hexafluorure de soufre (SF_6)
- Conditions d'essai: Utiliser un type de colonne, gaz porteur, débit, compensateur de débit de gaz (si nécessaire), et température selon les spécifications du fabricant
- Limite de détection: 3×10^{-13} g injectés ± 5 %
- Etendue linéaire: 25

Note: On peut utiliser ce détecteur dans son étendue dynamique qui est de l'ordre de 10^2.

5.5 Essai de l'instrument dans les conditions de référence

5.5.1 Lors de l'approbation du modèle et des vérifications primitive et ultérieure, la répétabilité du signal de sortie de l'instrument au complet doit être vérifiée dans un laboratoire utilisant des étalons de référence et dans les conditions de référence suivantes:

- température ambiante: de 15 °C à 25 °C et stable à ± 2 °C
- humidité relative (HR): de 40 % à 80 %
- type de colonne: spécifié par le fabricant
- gaz porteur et débit: spécifiés par le fabricant
- température de la colonne: spécifiée par le fabricant
- titre de l'échantillon de référence: injecter un étalon de référence approprié donnant un signal de sortie d'environ 300 fois la limite de détection
- étalons de référence et détecteur(s) associé(s):
  - gaz: toluène pour FID, PID et AID, et SF_6 pour ECD avec l'étalon de référence dans l'air sec et l'azote
  - liquides: toluène pour FID, PID et AID, et 1,1,1-trichloro-méthane pour ECD avec l'étalon de référence dans un solvant approprié

5.5.2 Dans les conditions de référence et pour dix injections répétées de l'étalon de référence dans un court intervalle de temps, l'instrument doit être capable de satisfaire aux exigences de performance suivantes:

- un écart-type relatif de la hauteur de pic ou de l'aire de pic du signal de sortie inférieur à 10 %
- un écart-type relatif du temps de rétention inférieur à 2 %

Note: Ces valeurs de l'écart-type relatif pour la hauteur de pic ou l'aire de pic et pour le temps de rétention sont considérées comme étant des erreurs maximales tolérées.

5.6 Facteurs d'influence

5.6.1 Lors de l'approbation de modèle, l'instrument doit être vérifié dans son ensemble en utilisant les conditions appropriées spécifiées en 5.5.1 pour les facteurs d'influence suivants:

- vibrations (sinusoïdales)
- chocs mécaniques
- champs électromagnétiques
- décharges électrostatiques
- indicateur de basse tension pour alimentation par batteries
- variations de tension et de fréquence de l'alimentation par réseau ou par générateur portatif
- étendue de la température
- chaleur humide

5.6.2 Les résultats des essais spécifiés en 5.6.1 doivent satisfaire aux exigences de 5.5.2.

6 Exigences techniques

6.1 Généralités

6.1.1 L'instrument doit être autonome, c'est-à-dire que tous les éléments de l'instrument forment un ensemble unique ou sont placés dans un ensemble intégré compact. Son poids ne doit pas être supérieur à 30 kg.

6.1.2 L'instrument doit pouvoir fonctionner en service dans une étendue de température allant de 5 °C à 35 °C.

6.2 Gaz porteurs

6.2.1 Il convient, si nécessaire, d'installer dans le système pneumatique, avant la colonne, un moyen d'extraire les contaminants indésirables tels que l'humidité et les particules dans les conduits d'alimentation en gaz.

6.2.2 L'ensemble détecteur-gaz porteur approprié doit être utilisé comme suit:

- FID - hélium, azote, hydrogène ou air (voir note)
- PID - hélium, azote, hydrogène ou air (voir note)
- AID - argon
- ECD - azote, hélium, argon ou argon/méthane

Note: Dans le cas de températures au-dessus de la température ambiante, l'air peut endommager certaines phases stationnaires. Dans ce cas, il convient de prendre en considération les consignes du fabricant concernant l'ensemble détecteur-gaz porteur.

6.2.3 L'instrument doit avoir sa propre réserve de gaz porteur, lui permettant de fonctionner pendant au moins quatre heures.

6.3 Orifice d'injection

L'instrument doit être muni d'un orifice d'injection qui permet d'assurer la compatibilité entre le dispositif d'injection et le type de colonne utilisé.

6.4 Colonnes

6.4.1 Les colonnes doivent être tubulaires et être fabriquées en métal, verre, polytétrafluoroéthylène ou en silice vitreuse. Elles peuvent être soit remplies, soit capillaires. L'instrument doit pouvoir être adapté en fonction de la colonne nécessaire à la méthode d'analyse. L'utilisateur doit avoir la possibilité, si besoin, de remplacer ou d'installer sur le site une nouvelle colonne dans l'instrument.

6.4.2 La phase stationnaire de la colonne peut être soit liquide soit solide et doit être choisie de façon à optimiser la séparation du (des) composant(s) de l'échantillon examiné.

6.4.3 La technique de «backflush» (refoulement) peut très nettement améliorer la performance de l'instrument pour certaines applications; elle consiste en une extraction rapide hors de la colonne des particules de masse moléculaire élevée indésirables contenues dans l'échantillon. Cette technique peut être appliquée au moyen d'un dispositif d'inversion du sens du débit de gaz porteur dans la colonne. En alternative, on peut utiliser une précolonne.

Note: L'Annexe C donne des exemples de types appropriés de colonne.

6.5 Contrôle de routine

L'instrument doit être muni d'un dispositif permettant d'introduire de façon routinière des étalons de référence pour les composants d'intérêt afin d'obtenir un contrôle qualitatif (temps de rétention) et quantitatif (aire de pic ou hauteur de pic) lors des analyses en laboratoire ou sur site.

Note: Il existe pour cela des étalons certifiés ou de référence appropriés comme indiqué dans les références [5–7].

6.6 L'instrument doit être alimenté par une batterie capable d'assurer un fonctionnement continu d'au moins quatre heures et être muni d'un dispositif indicateur de basse tension de la batterie. Il peut aussi être muni d'un dispositif pour alimentation en courant alternatif lorsque celui-ci est disponible.

6.7 Chromatogramme

Des systèmes de traitement de données doivent pouvoir donner un enregistrement précis et fiable (chromatogramme) de la réponse du détecteur en fonction du temps. Il convient aussi de prendre en considération les systèmes de traitement de données qui peuvent traiter les données pour fournir une analyse complète qualitative et quantitative sur le site.

6.8 Marquages

Les marquages suivants doivent être attachés de façon apparente à l'instrument:

- nom du fabricant
- numéro de modèle et numéro de série de l'instrument
- exigences relatives à l'alimentation, le cas échéant

7 Instructions pratiques

7.1 Les fabricants de chromatographes portatifs en phase gazeuse doivent fournir avec chaque instrument un manuel décrivant son fonctionnement et l'entretien de routine.

7.2 Avant d'utiliser un instrument, il convient de considérer tous les facteurs d'environnement. Les fabricants doivent fournir les spécifications relatives aux étendues de température et d'humidité pour lesquelles l'instrument peut fonctionner correctement.

7.3 Les précautions ou avertissements nécessaires utiles aux opérateurs de l'instrument doivent être indiqués explicitement dans le manuel d'utilisation fourni par le fabricant et apparaître clairement sur l'instrument conformément aux exigences de sécurité nationales.

8 Contrôles métrologiques

8.1 Essai de modèle

8.1.1 Les fabricants doivent fournir au service national responsable un manuel d'utilisation pour l'instrument et peuvent aussi fournir des données et autres informations concernant les essais de performance et les étalonnages aidant à établir si la conception de l'instrument satisfait aux exigences de la présente Recommandation.

8.1.2 Le manuel d'utilisation de l'instrument doit être examiné pour s'assurer que les consignes de fonctionnement sont complètes et claires. L'instrument doit être visuellement inspecté conjointement à un examen des spécifications du fabricant afin de déterminer si les exigences données en 6.1 à 6.8 sont satisfaites.

8.1.3 Le service national responsable doit effectuer les essais de performance suivants, ou peut accepter les données d'essai du fabricant pour obtenir la confirmation de la performance acceptable de l'instrument concernant les conditions suivantes:

- limite de détection pour le (les) détecteur(s) utilisé(s) (5.4 et Annexe B)
- étendue linéaire du (des) détecteur(s) utilisé(s) (5.4 et Annexe B)
- conditions ambiantes de référence (5.5 et B.1)
- indicateur de basse tension pour une alimentation par batterie (5.5 et D.2)
- variations de tension dans l'alimentation par secteur ou par générateur portatif (5.5 et D.3) et variation de la fréquence (le cas échéant)
- chocs mécaniques (5.5 et D.4)
- vibrations (sinusoïdales) (5.5 et D.5)
- décharges électrostatiques (5.5 et D.6)
- champs électromagnétiques (5.5 et D.7)
- étendue de température de service (5.5 et D.8)
- chaleur humide (5.5 et D.9)

Note: La référence aux exigences ainsi qu'une brève description de ces essais sont données entre parenthèses. L'annexe D fournit une description des essais associés aux facteurs d'influence. Les essais sont basés sur les exigences du Document International OIML D 11 *Exigences générales pour les instruments de mesure électroniques*. Il convient de consulter les normes CEI appropriées référencées dans OIML D 11 pour de plus amples détails et choix concernant les essais.

8.1.4 Le rapport sur les essais de l'instrument effectués lors de l'essai de modèle doit comprendre au minimum les rubriques d'information définies dans le format donné en Annexe E. Une présentation spécifique peut être développée selon les préférences nationales. Le fabricant doit obtenir les commentaires spécifiques relatifs à chaque échec d'un essai.

8.2 Vérification primitive

8.2.1 La documentation fournie par le fabricant doit être examinée afin de s'assurer de la conformité à 8.1.

8.2.2 L'essai dans les conditions de référence spécifiées en 5.5 doit être effectué.

8.2.3 Tous les autres essais de l'instrument non spécifiés en 8.1.2 qui peuvent être considérés comme critiques pour l'application envisagée doivent être effectués.

8.2.4 La durée de validité de cette vérification doit être spécifiée par le service national responsable.

8.2.5 Un instrument doit être soumis à une vérification ultérieure équivalant à la vérification primitive après réparation ou remplacement d'éléments ou d'unités du système de contrôle électrique ou du système de lecture de données. Cette exigence ne concerne pas le remplacement de la colonne.

8.3 Essais de routine par l'utilisateur

8.3.1 Le service national responsable doit fournir les informations concernant les méthodes d'utilisation des instruments pour mesurer des polluants spécifiques. Certaines méthodes de mesurage peuvent être appropriées comme contrôle de qualité pour évaluer les performances d'un instrument.

8.3.2 L'opérateur de l'instrument doit effectuer un essai avec un échantillon de référence avant et après les mesurages sur site ainsi qu'après le remplacement du système d'alimentation en gaz porteur, de(s) l'injecteur(s), de la (des) colonne(s) ou du (des) détecteur(s). Les résultats de ces essais de l'instrument doivent être compris dans les limites déterminées par le service national responsable.

8.3.3 En plus des exigences prescrites de 8.3.2, la température ambiante autour de la colonne dans le cas d'instruments qui n'ont pas de dispositif pour le contrôle de la température, doit être notée et un gaz étalon de référence doit être injecté avant chaque mise en service afin d'établir la condition de référence pour le mesurage. La température ambiante doit aussi être mesurée avant et après chaque analyse. Si en cours de service, la température ambiante varie de plus de ± 3° C, le gaz étalon de référence doit être injecté à nouveau pour établir encore une fois une nouvelle condition de référence pour le mesurage. Cette procédure doit être répétée pour des variations de température supérieures à ± 3 °C pour chaque condition de référence nouvellement fixée.

Note: Cette exigence est nécessaire du fait que le temps de rétention d'un composant de l'échantillon qui doit être identifié dépend de la température de la colonne.

8.3.4 En plus des exigences de 8.3.2, l'opérateur doit effectuer un essai de performance et un étalonnage de l'ensemble de l'instrument avant une application spécifique sur site et en association avec cette application (voir Annexe F).

8.3.5 Une fiche établie par ordre chronologique doit être conservée pour chaque instrument et doit contenir au minimum les renseignements suivants:

- résultats des essais de routine
- résultats des étalonnages
- identification des éléments principaux remplacés
- étendue des opérations d'entretien et de réparation

RÉFÉRENCES

[1] American Chemical Society, *Principles of Environmental Analysis,* Anal. Chem. 55, 2210-2218 (1983)

[2] Lee, M.L., Yang, F.J., and Bartle, K.D., *Open Tubular Column Gas Chromatography: Theory and Practice,* John Wiley and Sons, New York, (1984) ISBN 0-471-88024-8

[3] Onuska, F.I. and Karasek, F.W., *Open Tubular Column Gas Chromatography in Environmental Sciences,* Plenum Press, New York, (1984) ISBN 0-306-41589-5

[4] Grob, R.(Ed), *Modern Practice of Gas Chromatography,* John Wiley and Sons, New York, (1985) ISBN 0-471-87157-5

[5] International Organization for Standardization, *ISO Directory of Certified Reference Materials,* Geneva, Switzerland

[6] Quality Research Assurance Division, Environmental Monitoring Systems Laboratory, (Cincinnati, OH) Office of Research and Development, United States Environmental Protection Agency, *Analytical Reference Standards and Supplementary Data: Pesticides and Industrial Chemicals,* EPA-60C/4-84-082, October 1984 NTIS # PB85-143766/REB

[7] United States National Institute of Standards and Technology, *NBS Standard Reference Material Catalogue,* NBS Special Publication 260, Gaithersburg, MD 20899, U.S.A.

ANNEXE A

EXEMPLES DE TYPES DE COMPOSANTS DÉTECTABLES

Types de composants	Détecteur(s) recommandé(s)
Alcools, aldéhydes et cétones	FID, PID, AID
Explosifs à base d'azote	PID, ECD
Carburants et sous-produits	FID, PID, AID
Fumigants et pesticides	PID, AID, ECD
Chlorofluorocarbones	FID, PID, AID, ECD
Diphényles polychlorés	PID, ECD
Hydrocarbures chlorés	FID, PID, AID, ECD
Haloéthers	FID, PID, AID
Pesticides organochlorés	ECD
Amines	FID, PID, AID
Organosulfures	FID, PID, AID
H_2S, COS et CS_2	PID, AID
Solvants aliphatiques/aromatiques	FID, PID, AID

ANNEXE B

ESSAI DE DÉTERMINATION DE LA LIMITE DE DÉTECTION ET DE L'ÉTENDUE LINÉAIRE DES DÉTECTEURS

(Obligatoire)

B.1 Cet essai fournit une marche à suivre permettant d'établir si le détecteur d'un instrument satisfait ou non les exigences relatives à la limite de détection et à l'étendue linéaire spécifiées en 5.4.

B.2 L'essai doit être effectué dans les conditions de référence, telles que spécifiées en 5.5.1 et avec un échantillon de référence du composant d'essai spécifié pour chaque type de détecteur. La procédure suivante s'applique aussi bien à des échantillons de référence en phase gazeuse qu'en phase liquide, en prenant en compte le fait que les échantillons d'air sont dilués avec de l'air sec ou de l'azote et les échantillons liquides avec un solvant approprié. De plus, le volume injecté des échantillons de référence doit être de 1 mL pour les gaz et de 1 µL pour les liquides.

B.3 Procédure

B.3.1 Préparer un échantillon de référence concentré avec une concentration égale au produit de la limite de détection par l'étendue linéaire comme spécifié en 5.4 pour le détecteur mis à l'essai.

B.3.2 Préparer trois à cinq échantillons dilués, l'un avec une concentration intermédiaire approximativement égale à la moitié de la concentration de l'échantillon de référence concentré, les autres échantillons ayant des concentrations dont les valeurs doivent être situées à intervalles égaux entre les extrêmes de part et d'autre de la valeur de la concentration intermédiaire.

B.3.3 Choisir un dispositif d'injection (seringue ou boucle), une colonne et une température adaptés au détecteur mis à l'essai.

B.3.4 Procéder à un minimum de cinq injections répétées d'un échantillon témoin (air sec ou azote pour les gaz et solvant pour les liquides) et noter les temps de rétention et les aires ou hauteurs de pic de tout pic enregistré.

B.3.5 Procéder à un minimum de cinq injections répétées du volume approprié des concentrations sélectionnées de l'échantillon de référence et noter l'aire de pic ou la hauteur de pic de la réponse du détecteur.

B.3.6 Déterminer l'aire ou la hauteur de pic moyenne à partir des données obtenues en B.3.5 en prenant en compte tous les pics ou pics chevauchant ceux de l'échantillon témoin comme déterminé en B.3.4. Pour chaque mesurage, la quantité injectée doit être exprimée en grammes pour le composant à l'essai.

Note: Le cas échéant, dans le cas des échantillons d'air, rapporter la concentration injectée à des valeurs dans des conditions normales de température et de pression.

B.4 Limite de détection

B.4.1 Reporter graphiquement, en se basant sur les résultats obtenus en B.3.6, la valeur moyenne de l'aire de pic ou de la hauteur de pic en fonction de la quantité injectée en

grammes. Calculer la pente de la droite approximant les données par la méthode des moindres carrés. Les résultats de cette approximation doivent avoir un coefficient de corrélation au moins égal à 0,98.

Note: Le coefficient de corrélation (r^2) peut être calculé à partir de la pente (S) et de l'écart type de la concentration (σ_x) et du pic d'émission du détecteur (σ_y) comme suit:

$$r^2 = \left[s \cdot \frac{\sigma_x}{\sigma_y} \right]^2$$

où:

$$s = \frac{\Sigma x_i^2 \, \Sigma y_i - \Sigma x_i \, \Sigma (x_i \, y_i)}{n \, \Sigma x_i^2 - (\Sigma x_i)^2}$$

$$\sigma_x = \left[\frac{\Sigma (x_i - \bar{x})^2}{n - 1} \right]^{1/2}$$

$$\sigma_y = \left[\frac{\Sigma (y_i - \bar{y})^2}{n - 1} \right]^{1/2}$$

$\bar{x}$ et $\bar{y}$ = valeurs moyennes
n = nombre de données

B.4.2 Tracer une ligne parallèle à l'axe des ordonnées représentant trois fois le niveau de bruit tel que défini en B.3.4. La limite de détection correspond à l'intersection de cette parallèle avec la pente et doit satisfaire aux exigences de 5.4.

B.4.3 La sensibilité de l'instrument correspond à la pente de la courbe obtenue en B.4.1; alternativement, elle peut être calculée au moyen de l'équation appropriée de 3.12.

B.5 Etendue linéaire

B.5.1 Procéder à un minimum de cinq injections répétées du volume approprié de l'échantillon de référence concentré préparé conformément à B.3.1.

B.5.2 Porter la valeur moyenne des résultats sur la courbe obtenue en B.4.1.

B.5.3 Conclusion: comparer la valeur moyenne des résultats (B.5.2) avec la valeur fournie par la courbe en B.4.1 pour la concentration (ou quantité en grammes) à la limite de l'étendue linéaire. La valeur de B.5.2 ne doit pas être inférieure à 5 % de la valeur définie par l'étendue linéaire conformément aux exigences de 5.4 pour le détecteur mis à l'essai.

ANNEXE C

EXEMPLES DE TYPES DE COLONNES APPROPRIÉES
(Informative)

	REMPLIE	CAPILLAIRE		
		Grand diamètre tubul. ouvert	Large alésage	Alésage étroit
Matériaux	verre, ss[a], ptfe[b]	verre borosilicaté	verre de silice, ss, Ni	verre de silice, ss, Ni
Longueur (m)	0,1 - 6	10 - 80	1 - 60	1 - 60
Diamètre intérieur (mm)	2 - 4	0,9 - 1,5	0,32 - 0,75	0,10 - 0,25
Capacité d'échant. (ng)	10^4 - 10^6	10^4 - 10^6	500 - 6 000	2 - 50
Efficacité[c] (plateaux/m)	600 - 2 000	500 - 1 000	1 200 - 2 200	2 500 - 10 000[d]

(a) ss = stainless steel (acier inoxydable)

(b) ptfe = polytétrafluoroéthylène

(c) L'efficacité de la colonne se mesure au nombre de plateaux théoriques et s'apparente à l'élargissement du pic d'une zone primitivement dense alors que cette dernière traverse la colonne. Cette efficacité est décrite sur un plan quantitatif par la hauteur équivalant à un plateau théorique (HETP), qui représente la longueur nécessaire de colonne pour obtenir un équilibre en solution entre les phases liquides mobile et stationnaire.

(d) Cette étendue concerne les colonnes de 0,1 mm de diamètre.

ANNEXE D

DESCRIPTION DES ESSAIS DE PERFORMANCE ASSOCIES AUX FACTEURS D'INFLUENCE
(Obligatoire)

D.1 Conditions ambiantes de référence

Les essais prescrits en 5.5 doivent être effectués et les exigences spécifiées en 5.5.2 satisfaites.

D.2 Indicateur de tension basse pour alimentation par batterie

La source de courant de l'instrument doit être remplacée par une source de courant continu variable. La tension de cette source doit initialement être réglée à la valeur de courant continu spécifiée par le fabricant et ensuite diminuée jusqu'à ce qu'un indicateur de tension basse se déclenche. Puis, la tension doit être augmentée jusqu'à la valeur pour laquelle l'indicateur de tension basse se désactive. Pour cette dernière tension, les essais spécifiés en 5.5 doivent être effectués et les exigences de 5.5.2 satisfaites.

D.3 Variations de tension et de fréquence dans l'alimentation par réseau ou par générateur portatif

Le cas échéant, l'instrument doit être essayé en ce qui concerne sa susceptibilité aux variations par rapport aux tension et fréquence nominales quand il fonctionne avec une source de courant alternatif. Les valeurs nominales assignées du courant d'alimentation de l'instrument spécifiées par le fabricant doivent subir les variations suivantes: tension de réseau ou du générateur + 10 % et – 15 %, fréquence du réseau ou du générateur ± 2 %. La variation spécifiée pour chaque valeur nominale assignée de la source d'alimentation étant appliquée tour à tour à l'instrument, les essais spécifiés en 5.5 doivent être effectués et les exigences spécifiées en 5.5.2 satisfaites.

D.4 Choc mécanique

L'instrument doit être placé sur une surface rigide dans sa position normale d'utilisation. Il doit ensuite être incliné autour d'une arête de la base jusqu'à une hauteur d'au moins 50 mm puis lâché sur la surface. Après ce choc, les essais spécifiés en 5.5 doivent être effectués et les exigences de 5.5.2 satisfaites.

D.5 Vibrations (sinusoïdales)

L'instrument doit être monté sur une surface rigide de sorte que la force de gravitation agisse dans la même direction que pour son utilisation normale. Il est alors tour à tour soumis sur ses trois axes principaux perpendiculaires entre eux aux conditions suivantes de vibrations sinusoïdales: étendue de fréquence allant de 10 Hz à 50 Hz, niveau maximum d'accélération de 2 m/s^2, 20 cycles de balayage sur chaque axe. Après ces vibrations, les essais spécifiés en 5.5 doivent être effectués et les exigences de 5.5.2 satisfaites.

D.6 Décharges électrostatiques

L'instrument doit être essayé pour déterminer sa susceptibilité aux décharges électrostatiques provenant d'une source en courant continu de 8 kV à travers une capacité

de 150 pF. L'instrument doit être mis à la terre ou placé sur une surface mise à la terre. Les décharges électrostatiques doivent être appliquées aux surfaces de l'instrument normalement accessibles aux utilisateurs, grâce à une électrode avec résistance d'au moins 150 ohms. L'électrode doit être approchée de l'instrument jusqu'à ce qu'une décharge se produise et être aussitôt retirée avant que ne se produise une autre décharge. Au moins dix décharges doivent être appliquées à dix secondes d'intervalle au moins. Après avoir exposé l'instrument à ces décharges, les essais spécifiés en 5.5 doivent être effectués et les exigences de 5.5.2 satisfaites.

D.7 Champs électromagnétiques

L'instrument doit être essayé pour déterminer sa susceptibilité aux interférences provenant de champs électromagnétiques dans l'étendue allant de 0,1 MHz à 1 000 MHz. L'intensité de champ peut être générée de la manière suivante: (a) en utilisant une «strip line» pour des fréquences allant de 0,1 MHz à 150 MHz et au moyen d'«antennes dipôles» ou d'«antennes à dépolarisation circulaire» pour des fréquences allant de 150 MHz à 1 000 MHz, ou (b) en utilisant des zones de champs électromagnétiques connus et mesurés de manière précise. L'instrument, pendant qu'il est exposé à ces champs électromagnétiques d'une intensité de 10 V/m, doit être soumis aux essais spécifiés en 5.5 et les exigences de 5.5.2 doivent être satisfaites.

D.8 Etendue de température

L'instrument doit être placé dans une chambre climatique et porté à une température de 35 °C à une humidité relative de 60 % ± 20 % jusqu'à ce qu'il ait atteint son équilibre thermique à cette température. Les essais doivent être effectués à la température de 35 °C afin de déterminer l'écart-type relatif de la hauteur de pic ou de l'aire de pic et du temps de rétention. L'instrument doit être refroidi afin d'atteindre son équilibre thermique à 5 °C. La vitesse de refroidissement ne doit pas dépasser 1 °C par minute et l'humidité relative finale doit être de 60 % ± 20 %. Après stabilisation de la température à 5 °C, les mêmes essais faits que ceux réalisés à 35 °C doivent être effectués. Les essais doivent être comme spécifié en 5.5 et les exigences spécifiées en 5.5.2 doivent être satisfaites.

D.9 Chaleur humide

L'instrument doit être placé dans une chambre climatique et porté à une température de 35 °C et à une humidité relative de 93 % jusqu`à ce que l'instrument ait atteint son équilibre thermique sans condensation. Dans ces conditions, les essais spécifiés en 5.5 doivent être effectués et les exigences spécifiées en 5.5.2 satisfaites.

ANNEXE E

FORMAT DU RAPPORT D'ESSAI

Note: La présente Annexe a un caractère informatif en ce qui concerne la mise en application de la présente Recommandation dans les réglementations nationales; cependant, l'utilisation du format de rapport d'essai est obligatoire pour l'application de cette Recommandation dans le cadre du Système de Certificats OIML.

Un rapport d'essai destiné à servir entre autres dans le cadre du Système de Certificats OIML doit inclure les renseignements suivants.

E.1 Nom et adresse du (des) laboratoire(s) réalisant l'essai

E.2 Référence à la présente Recommandation (numéro et année d'édition)

E.3 Identification unique du modèle auquel se réfère ce rapport (par exemple: noms courants déposés, modèle, brève description comprenant dessins, diagrammes et inscriptions)

E.4 Nom(s) et adresse(s) du fabricant et du demandeur si différent du fabricant

E.5 Identification de l'instrument essayé

E.6 Date de début de l'essai

E.7 Lieu où les essais ont été réalisés si différent de l'adresse donnée en E.1

E.8 Résumé des résultats des essais réalisés conformément à 8.1.2 et à 8.1.3 dans les conditions spécifiées dans la présente Recommandation

E.8.1 Manuel d'utilisation clair et complet: oui non
Commentaires:

E.8.2 Masse de l'instrument: kg

E.8.3 Marquages: satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:

E.8.4 Alimentation en gaz porteur avec autonomie d'au moins quatre heures:
satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:

E.8.5 Détecteur(s) essayé(s), conditions d'essai et résultats:

- type:
- gaz porteur:
- type de colonne:
- température de la colonne:
- échantillon(s) de référence et concentration(s):

- température ambiante:
- humidité relative:
- écart-type relatif
  - hauteur de pic ou aire de pic:
  - temps de rétention:
- limite de détection:
- étendue linéaire:

Commentaires:

Note: Fournir ces renseignements pour chacun des détecteurs essayés.

E.8.6 Indicateur de tension basse pour batteries:
satisfaisant non satisfaisant

E.8.7 Utilise le réseau: oui non
Utilise un générateur portatif: oui non
Variation de tension: satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:
Variation de tension et de fréquence en alimentation sur réseau:
satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:
Variation de tension et de fréquence du générateur portatif:
satisfaisant non satisfaisant

E.8.8 Chocs mécaniques: satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:

E.8.9 Vibrations: satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:

E.8.10 Décharges électrostatiques: satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:

E.8.11 Champs électromagnétiques: satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:

E.8.12 Étendue de température de service: satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:

E.8.13 Chaleur humide: satisfaisant non satisfaisant
Commentaires:

Note: Identifier le (les) détecteur(s) et gaz porteur(s) utilisés pour chacun des essais décrits de E.8.6 à E.8.13.

E.9 Bref exposé des conclusions indiquant si les instruments essayés ont satisfait aux exigences de la présente Recommandation.

E.10 Signature du (des) responsable(s), la date de signature et un numéro unique identifiant le rapport.

ANNEXE F

ESSAI GLOBAL DE PERFORMANCE D'UN CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE PORTATIF (Obligatoire)

F.1 Cette procédure d'essai décrit l'analyse d'un échantillon comportant un composant ou un mélange de composants susceptibles d'être présents sur un site de décharge de produits toxiques, ou l'analyse d'un mélange prédéterminé de l'échantillon d'essai prévu pour le contrôle régulier de la performance globale de l'instrument.

F.2 Cet essai a pour objet de s'assurer que le système chromatographique en phase gazeuse dans son ensemble est capable d'atteindre les limites de détection acceptables des composants d'échantillon examinés avec également une répétabilité acceptable des temps de rétention et des aires ou hauteurs de pic du signal de sortie dans l'étendue de service spécifiée de l'instrument. L'étalonnage de l'instrument doit être effectué au moyen de ces procédures mais peut nécessiter le mesurage de concentrations supplémentaires des composants d'essai spécifiques examinés dans l'étendue de service de l'instrument.

F.3 Les composants d'essai peuvent être choisis à partir de la liste suivante de détecteurs:

	FID	AID	PID 10,2 eV et 10,6 eV	PID 11,7 eV	ECD
Méthane	X				
Dichlorométhane	X	X		X	X
1,2-Dichloroéthane	X	X		X	X
Benzène	X	X	X	X	
1,1,1-Trichloroéthane	X	X		X	X
Trichloroéthylène	X	X	X	X	X
Toluène	X	X	X	X	
p-Xylène	X	X	X	X	
Tétrachlorure de carbone		X		X	X
2-Butanone	X	X	X	X	
n-Hexane	X	X	X	X	
n-Pentane	X	X	X	X	
Méthanol	X	X		X	
Chlorure d'éthylène	X	X	X	X	
n-Décane	X	X	X	X	
g-Hexachlorocyclohexane					X
Diphényle polychloruré		X			X
Hexafluorure sulfurique					X

F.4 Echantillons de gaz

F.4.1 Choisir un composant ou un mélange de composants à partir de la liste donnée en F.3 ou tout autre composant d'essai compatible avec le détecteur utilisé. Préparer ou se procurer un échantillon de gaz d'essai du composant ou du mélange choisi avec des concentrations de 0,1 µL/L à 10 µL/L dans l'air sec ou l'azote.

F.4.2 Choisir un dispositif d'injection, une colonne et une température appropriés.

F.4.3 Dans le cas d'un instrument à colonne sans dispositif de contrôle de température fixe ou réglable, noter la température ambiante.

F.4.4 Procéder à un minimum de trois injections d'un échantillon de gaz témoin (air sec ou azote) et déterminer le niveau de bruit.

F.4.5 Préparer au moins trois concentrations différentes de l'échantillon du gaz d'essai choisi spécifié en F.4.1.

F.4.6 L'instrument étant dans les conditions de référence spécifiées en 5.5, effectuer au moins trois injections de 1 mL pour chaque échantillon de gaz d'essai préparé conformément à F.4.5 et noter les temps de rétention et les aires de pic ou les hauteurs de pic des composants de l'échantillon sélectionnés conformément à F.4.1.

F.4.7 Les temps de rétention doivent avoir un écart-type relatif inférieur à 2 %, et les aires de pic ou hauteurs de pic doivent avoir un écart-type relatif inférieur à 10 % pour le même instrument.

F.4.8 La limite de détection, l'étendue linéaire et la sensibilité du détecteur pour chaque composant dans l'échantillon d'essai peuvent être déterminées à l'intérieur de limites spécifiées à partir des données obtenues en F.4.6 et suivant les procédures spécifiées en Annexe B.

F.5 Echantillons liquides

F.5.1 Choisir un composant ou un mélange de composants à partir de la liste donnée en F.3 ou tous autres composants d'essai compatibles avec le détecteur utilisé. Préparer ou se procurer une solution concentrée du composant sélectionné, pour des concentrations de 0,1 mg/L à 10 mg/L avec un solvant approprié.

Note: Il convient que le solvant choisi soit compatible avec le détecteur afin d'éviter les interférences.

F.5.2 Choisir un dispositif d'injection, une colonne et une température appropriés.

Note: Un échantillon liquide nécessite un dispositif d'injection chauffé.

F.5.3 Dans le cas d'un instrument dont la colonne est dépourvue de dispositif de contrôle de température fixe ou réglable, noter la température ambiante.

F.5.4 Procéder à un minimum de trois injections d'un échantillon liquide témoin (le solvant) et déterminer le niveau de bruit.

F.5.5 Préparer par dilution trois concentrations différentes de la solution concentrée spécifiée en F.5.1.

F.5.6 L'instrument fonctionnant dans les conditions de référence spécifiées en 5.5, effectuer au moins trois injections de 1 µL de chacun des échantillons d'essai liquides spécifiés en F.5.5 et noter les temps de rétention et les aires de pic ou hauteurs de pic.

F.5.7 Les temps de rétention doivent avoir un écart-type relatif inférieur à 2 % et les aires de pic ou hauteurs de pic doivent avoir un écart-type relatif inférieur à 10 % pour le même instrument.

F.5.8 La limite de détection, l'étendue linéaire et la sensibilité du détecteur pour chaque composant de l'échantillon d'essai peuvent être déterminées, à l'intérieur des limites spécifiées, à partir des données obtenues en F.5.6 et selon les procédures spécifiées en Annexe B.

GRANDE IMPRIMERIE DE TROYES
Imprimé en France
130, rue Général-de-Gaulle, 10000 Troyes